TRABAJO PRÁCTICO DE LABORATORIO Nº 5:

VALORACIÓN POR FORMACIÓN DE COMPLEJOS. DETERMINACIÓN DE DUREZA DE AGUA



INTRODUCCIÓN

Determinar la concentración de iones calcio y magnesio en aguas es muy importante porque las aguas para uso domiciliario o industriales, al ser calentadas o evaporadas, pueden depositar residuos (sarro) que afectan el funcionamiento de equipos (sistemas de riego, calderas, planchas a vapor, entre otros). Los componentes más abundantes de las aguas naturales son sales de calcio y magnesio, fundamentalmente bicarbonatos, cloruros y sulfatos asociados a la tierra y a las rocas. La contribución de otros iones metálicos presentes, como Fe^{3+}, Al^{3+} y Mn^{2+}, suele ser pequeña pues normalmente se encuentran en muy baja concentración. En la práctica se considera -con muy buena aproximación- que la **dureza total de agua** es la suma de las concentraciones de calcio y magnesio.

El análisis de la dureza de agua se puede realizar mediante una valoración con formación de complejos, en la que se utiliza EDTA (ácido etilendiaminotetracético) como reactivo quelante. La valoración se realiza a pH 10, para lo cual se emplea un buffer NH_3/NH_4Cl; y se utiliza como indicador Negro de Eriocromo T (NET). La dureza total se expresa en ppm de $CaCO_3$. Para determinar la dureza debida a Ca^{+2}, se realiza la valoración con EDTA previa precipitación de Mg^{+2} a pH 12.

Tabla 1 - Clasificación de las aguas según el valor de la dureza total

Tipo de agua	ppm $CaCO_3$
Muy blanda	0 – 15
Blanda	16 – 75
Semidura	76 – 150
Dura	151 – 300
Muy dura	> 300

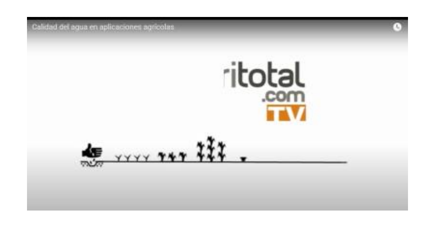
Tabla 2- Calidad de agua para bebida animal en explotaciones de la pradera pampeana (Fuente: Herrero et al. 1997)

	Para cría de bovinos de carne y engorde	Para bovinos de leche	Para equinos
Dureza	Hasta 3000 mg/L	Hasta 3000 mg/L para bebida Hasta 380 mg/L para lavado de la máquina de ordeño	3000 mg/L

Tabla 3- Valores normales para diferentes parámetros en aguas de riego.

Parámetros	Símbolo	Unidad	Valores normales en aguas de riego
SALINIDAD			
<u>Contenido en sales</u>			
Conductividad eléctrica	CE_a	dS/m	0 – 3
Total sólidos en solución	TSD	mg/l	0 – 2000
<u>Cationes y aniones</u>			
Calcio	Ca^{2+}	meq/l	0 – 20
Magnesio	Mg^{2+}	meq/l	0 – 5
Sodio	Na^{+}	meq/l	0 – 40
Carbonatos	CO_3^{2-}	meq/l	0 – 0'1
Bicarbonatos	HCO_3^{-}	meq/l	0 – 10
Cloro	Cl^{-}	meq/l	0 – 30
Sulfatos	SO_4^{2-}	meq/l	0 – 20

OPTATIVO- Si te interesa ampliar información respecto a calidad de agua en aplicaciones agrícolas, te presentamos este video.



https://www.youtube.com/watch?v=mPasPJitgf4

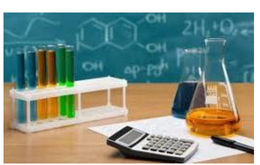
Te invitamos a acceder al video que muestra la determinación experimental de dureza en agua.

https://www.youtube.com/watch?v=C-01H5k_bc0&feature=emb_logo

Algunas consideraciones:

- Los cálculos a partir de los datos experimentales los podrás desarrollar utilizando el método de factores unitarios y las relaciones estequiométricas de las ecuaciones de valoración, tal como hemos utilizado para resolver la guía de problemas.

-Fe de erratas del video: La solución KOH aumenta el pH de manera de producir la precipitación de $Mg(OH)_2$, pero no es una solución tampón.



TÉCNICAS

I- Preparación de solución EDTA 0,01 M

-Pesar la cantidad necesaria de EDTA disódico ($Na_2H_2Y.2H_2O$, PM= 372) en una balanza analítica utilizando un vaso de precipitados

-Agregar menor cantidad de agua destilada que el volumen a preparar y disolver

-Transvasar con embudo a matraz aforado de volumen igual al de solución a preparar, agregar agua hasta enrasar y agitar.

-Guardar en frasco debidamente rotulado.

II- Estandarización de solución EDTA 0,01M

-Con una pipeta transvasar a un Erlenmeyer 10 mL de solución patrón de $CaCO_3$ 0,01 M. Corroborar pH 7 de esta solución.

-Agregar con pipeta de 1 mL, 0,7 mL de solución reguladora de pH 10 (NH_3/NH_4Cl)

-Añadir una pizca de NET

-Colocar la solución de EDTA en una bureta de 25 mL con ayuda de un embudo (recordar llenar el vástago y enrasar a cero la bureta) y verter gota a gota esta solución en el Erlenmeyer hasta alcanzar un color azul persistente sin tinte rojizo. Anotar el volumen gastado.

-Repetir el procedimiento dos veces más.

III- Determinación de dureza total

-Medir 10 mL de muestra de agua y transvasar a Erlenmeyer

-Diluir hasta 30-40 mL con agua destilada

- Agregar 5 mL de solución reguladora y una pizca de NET. Mezclar por agitación

-Valorar con la solución de EDTA estandarizada hasta azul neto. Registrar el volumen gastado

-Calcular la dureza total expresada en ppm de carbonato de calcio. Utilizar para ello el método de factor unitario y tené en cuenta las relaciones estequiométricas determinadas por la ecuación química de valoración

IV- Determinación de dureza cálcica en una muestra de agua

- Tomar 10 mL de muestra y transvasar a Erlenmeyer.
- Añadir 10 mL de solución buffer pH 12 y una pizca de indicador ácido calcón carboxílico (ACC)
- Agregar agua destilada. Mezclar por agitación
- Valorar con solución EDTA estandarizada hasta azul persistente. Registrar el volumen gastado
- Calcular la concentración de calcio expresada en ppm de carbonato de calcio. Utilizar para ello el método de factor unitarios y tener en cuenta las relaciones estequiométricas dadas por las ecuación química de valoración.



ACTIVIDADES

1- **Resuelve en forma individual las consignas en el siguiente enlace** **https://forms.gle/wMg1vmm9GWyh1E1fA**

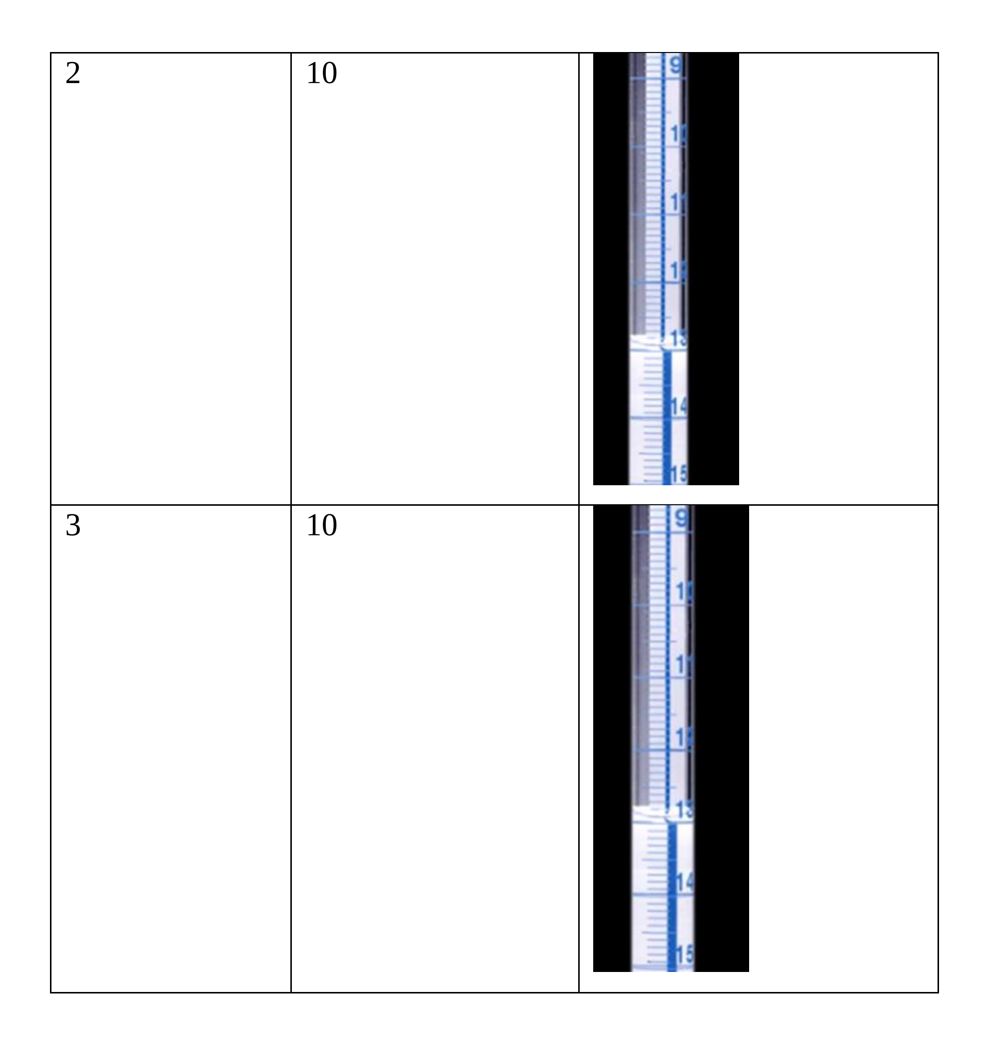
2- **Elabora en grupo el informe de laboratorio para la determinación de dureza en agua.** Incluye:

- La preparación de 200 mL de solución EDTA 0,01 M
- La estandarización de la solución preparada
-La determinación de dureza total y dureza cálcica en la muestra de agua 4,5 o 6 según te indique el docente.
-La resolución de la consigna de determinación de Calcio en un fertilizante (V).

Datos experimentales para considerar:

-Estandarización de solución EDTA

valoración	Vol $CaCO_3$ 0,01 M	Vol EDTA (mL) (pH 10)
1	10	



2	10	
3	10	

-Determinación de dureza total y dureza cálcica en muestras de agua

Muestra de agua	**procedencia**	**Vol EDTA (ml) (pH 10)**	**Vol EDTA (ml) (pH 12)**
A4	Establecimiento lechero ubicado en Olavarría. Utilizada para bebida de bovinos.		

A5	Agua de pozo utilizada para riego ubicada en zona costera de provincia de Bs As		
A6	Agua de riego utilizada para cultivo de frambuesas, consideradas dentro del grupo de cultivos sensibles a cloruro		

V- Determinación de calcio en un fertilizante

a-Estima la dilución a realizar en un fertilizante líquido cuyo rótulo indica 40% Ca, para poder ser analizada con la técnica indicada para una muestra de agua. Supone un gasto de valorante de 10 mL

b- Si realizas experimentalmente el análisis del fertilizante con la dilución propuesta en el inciso a- y el gasto de valorante fue 12,8 mL, averigua cuál es el % Ca en el fertilizante.

BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS

-Agritotal (2013) *Calidad del agua en aplicaciones agrícolas.* (video) De https://www.youtube.com/watch?v=mPasPJitgf4

- Harris, D.C. (2001) Análisis Químico Cuantitativo. Editorial Reverté, 2da Edición

- Skoog D.A; West, D.M.; Holler, J.F y Crouch, S.R. (2005) Fundamentos de Química Analítica, Editorial Thomson, 8ª Edición

- Universitat Politecnica de Valencia. (2015) *Determinación de calcio y magnesio en aguas*. (video) De https://www.youtube.com/watch?v=C-01H5k_bc0&feature=emb_logo

Autor: María Alejandra Goyeneche

Cómo citar: Goyeneche, M. A. (2020). Trabajo práctico de laboratorio 5. Valoraciones por formación de complejos. Determinación de dureza de agua. Azul. Facultad de Agronomía. UNCPBA.

